

UNIVERSITÉ PARIS-SUD

ECOLE DOCTORALE 564: PHYSIQUE EN ILE DE FRANCE
LABORATOIRE GULLIVER

DISCIPLINE: MÉCANIQUE PHYSIQUE.

THÈSE DE DOCTORAT

Soutenue le 19/02/2015 par

Maxime Lefranc

Rupture de matériaux mous:
De l'élasticité linéaire
à l'endommagement aux échelles microscopiques.

Directeur de thèse : Mme. Elisabeth Bouchaud

Directrice de recherche (CEA/ESPCI Paristech)

Composition du jury :

Président du jury : M. Emmanuel Trizac

Professeur (Paris Sud)

Rapporteurs : M. Jean-Louis Barrat

Professeur (UJF Grenoble)

M. Serge Mora

Professeur (Université Montpellier)

Examineurs : M. Jay Fineberg

Professeur (Hebrew University of Jerusalem)

M Francois Hild

Professeur (LMT Cachan)

M Peter Schall

Professeur (University of Amsterdam)

Introduction.

En mécanique de la rupture, la théorie linéaire élastique LEFM (Linear Elastic Fracture Mechanics) est un formalisme usuel permettant de prédire la stabilité de fissures existantes dans une structure mécanique. Griffith, en 1922, a proposé un critère énergétique de stabilité d'une fissure. Une fissure se propagera si le taux de restitution d'énergie \mathcal{G} , c'est à dire l'énergie élastique libérée lors de la propagation de la fissure, est supérieure à un taux de restitution d'énergie critique \mathcal{G}_c , correspondant à l'énergie de surface nécessaire pour faire avancer la fissure. Alors que \mathcal{G} est une grandeur ne dépendant que de la géométrie concernée et des propriétés élastiques linéaires du matériau, \mathcal{G}_c dépend des mécanismes fortement non linéaires à l'oeuvre en pointe de fissure dans ce qu'on appelle la zone de process. Que ce soit expérimentalement, numériquement ou théoriquement, \mathcal{G}_c est une grandeur caractéristique du matériau qui demeure difficile à appréhender. Ces difficultés proviennent principalement du fait qu'il est difficile d'envisager des mécanismes se produisant dans la zone de process, dont la taille typique est entre 10 à 100 tailles atomiques.

Pour faciliter l'étude expérimentale de la zone de process, nous avons pris parti d'étudier les propriétés de rupture de matériaux dont l'échelle microstructurale plus grande permettra à la zone de process d'atteindre des tailles plus aisément accessibles expérimentalement. Les matériaux envisagés sont de deux types: des matériaux polymériques et des matériaux colloïdaux. Ces matériaux aux échelles élémentaires ξ de 10nm voire $1\mu\text{m}$ ont une particularité: ils sont mous. En effet, ces matériaux ont une élasticité de nature entropique et leur module de cisaillement G scale comme $G = k_B T / (\xi)^3$.

En plus de l'étude des mécanismes d'endommagement, cette étude a aussi pour objet de mieux caractériser l'effet des non linéarités élastiques sur la pointe de fissure. En effet, avant d'être endommagé de manière irréversible, tout matériau subit des déformation élastiques non linéaires réversibles. Il est fondamental de comprendre l'effet de ces non linéarités. Livne & al [1, 2] ainsi que Buehler [3] ont montré l'important effet des non linéarités sur la façon dont l'énergie élastique est transmise des grandes échelles (celles où la théorie LEFM s'applique) aux petites échelles (celles où l'endommagement irréversible a lieu).

Pour ce faire, nous avons mis au point un nouveau dispositif expérimental permettant d'étudier la rupture de matériaux mous. Ce dispositif nous permet de faire croître de manière contrôlée une fissure unique dans de tels spécimens et d'observer la pointe de fissure à fort grossissement et ce en cours de propagation. Lors de premières expériences sur des gels physiques de polymères, nous avons analysé la morphologie de pointes de fissure ainsi que les champs de déplacement associés en utilisant une technique de corrélation d'image. Nous avons montré qu'il existait une séparation d'échelle entre l'échelle à laquelle la théorie LEFM s'applique, celle où apparaissent

les effets non linéaires élastiques et enfin celle où la dissipation d'énergie et l'endommagement structurel se produit. Pour le moment, les échelles de longueur auxquelles ont lieu l'endommagement n'ont pas pu être investiguées. Des expériences récentes sur des gels colloïdaux ont permis de conduire de premières investigations sur l'endommagement microstructural dans ces matériaux.

Les gels d'agar, des gels polymériques physiques.

Les gels d'agar appartiennent à la classe des gels physiques de polymères. Dans l'eau, à des températures inférieures à la température de gélification T_{gel} , ces molécules polysaccharides peuvent former des liaisons H intermoléculaires et de s'auto-assembler en une structure supramoléculaire gonflée en eau. La transition sol-gel de ce système polymère/solvant a été particulièrement documentée: nature de la transition, évolution structurale, dynamique des chaînes, viscoélasticité... En tant que physiciens intéressés par la mécanique de cette classe de matériaux, nous essayons de répondre à plusieurs questions: Quelles sont les temps, longueurs et énergies caractéristiques de ces matériaux biopolymères? Comment relier ces grandeurs aux propriétés de rupture de cette classe de matériaux? Nous résumons ici les principales caractéristiques qu'une revue de la littérature couplée à des expériences additionnelles ont révélé sur ce matériau.

Les chaînes d'agar ont une longueur de contour $\Lambda = 400nm$. Dans l'eau, à basse température, ces molécules interagissent par liaisons H et forment des agrégats de double hélices appelées zones de jonction. Cet autossemblage des chaînes conduit à la formation d'un réseau moléculaire physique tridimensionnel (Fig. 1).

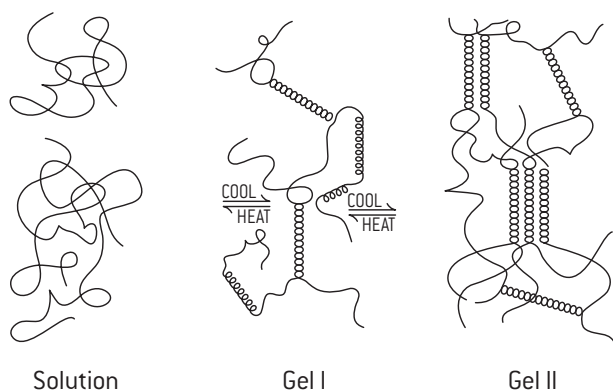


Figure 1: Différents niveaux d'organisation: transition pelote-hélice (gauche) et formation de suprafibres (droite).

Lorsqu'on refroidit une solution d'agar à haute température, la transition sol-gel de l'agar se produit et la structure et les propriétés du gel obtenu résulte d'une compétition entre la décomposition spinodale du solvant et des chaînes d'une part, et de la réticulation physique du réseau d'autre part. Ainsi, à faible concentration en chaînes, le gel peut être vu comme un réseau hétérogène de microgels faiblement connectés. A haute concentration (au dessus de 1% en masse), le gel a une structure plus homogène, il existe une taille typique de maille du réseau ξ et le module de cisaillement du gel G dépend fortement de la procédure de quenching et chaque chaîne contribue à l'élasticité macroscopique du réseau.

Les propriétés élastiques linéaires et non linéaires de ces gels peuvent être comprises par des théories de déformations affines. En résumé, il y a correspondance directe entre la réponse du matériau soumis à déformation et la réponse d'une chaîne polymère reliant deux noeuds du réseau soumise à la même déformation. Le réseau peut être vu comme des cylindres rigides de taille a (les jonctions) reliés par des chaînes flexibles. Dans le régime linéaire, l'élasticité est régie par l'entropie des chaînes reliant les jonctions. L'élasticité non linéaire et le durcissement exponentiel du réseau à grande déformation peuvent être expliqués par la relative flexibilité des jonctions à grande force.

A haute concentration, et aux échelles de temps sur lesquelles les expériences sont conduites, la poroélasticité du gel peut être négligée et le matériau donc considéré comme incompressible $\nu = 1/2$. La viscoélasticité du gel peut également être négligée tant que $C > 1wt\%$. Le temps de relaxation de Rouse des chaînes reliant les jonctions est inférieur à $\tau_0 N_{int}^2 = 10^{-5}s$ et les chaînes peuvent donc être considérées comme totalement relaxées. Dans cette gamme de concentrations, il sera montré que la dissipation visqueuse peut être négligée et que, par conséquent, tous les processus dissipatifs sont liés à l'endommagement à l'échelle microstructurale se produisant dans la zone de process.

Les gels d'agar sont par ailleurs sujets à la relaxation des contraintes sur des temps longs. Les jonctions du réseau sont tenues par des liaisons physiques de basse énergie. L'énergie de liaison typique est celle de plusieurs liaisons H ($30kT$ typiquement). La structure tridimensionnelle est donc thermoreversible, et est susceptible de se réarranger lorsque soumise à des contraintes sur des temps longs. Ce phénomène de relaxation peut paraître anecdotique; il sera en fait primordial pour comprendre la dépendance en vitesse des propriétés de rupture. Les niveaux de contrainte élevés en pointe de fissure vont fortement accélérer la dynamique de dissociation des jonctions dans la zone de process.

Dans ce manuscrit, la plupart des expériences présentées sont effectuées sur des gels à 1.5% en masse d'agar. A plus basse concentration, les non linéarités élastiques, la viscoélasticité et la poroélasticité entreraient en compte simultanément, ceci rendant les interprétations expérimentales complexes.

Pour des gels à 1.5%, le matériau peut être considéré comme un solide élastique incompressible de module d'Young $E = 60kPa$. Aucune dissipation visqueuse ne sera considérée. De plus, ce solide élastique a un comportement fortement non linéaire dès que la déformation dépasse quelques pourcents: il durcit de manière exponentielle avec un coefficient de durcissement $J_m = 0.05$.

Fracture of Soft Materials.

La matière molle est tout autour de nous. Gels, pâtes, mousses, et plus généralement fluides complexes ont tous la particularité d'être structurés à des échelles mésoscopiques et d'exhiber un comportement tantôt liquide tantôt solide suivant que l'échelle de temps à laquelle on les sollicite est petite ou grande devant le temps de relaxation de ces structures. Dans le contexte plus particulier de la mécanique de la rupture, cet accès simultané aux échelles tant macroscopiques que microscopiques n'a pas encore été mis à profit.

Nous avons mis au point un dispositif expérimental qui combine de multiples avantages. Il permet de solliciter aussi bien des solides mous que de liquides viscoélastique et ce dans des conditions physico-chimiques contrôlées et en utilisant de faibles quantités d'échantillons. Lors de ce test une fissure est nucléée de manière contrôlée et une sollicitation de mode I induit la propagation stationnaire d'une fissure unique et ce, dans une direction donnée. Ce test mécanique sur puce permet d'effectuer des observations de la pointe de fissure à diverses échelles au moyen d'un microscope.

La géométrie proposée est la suivante:

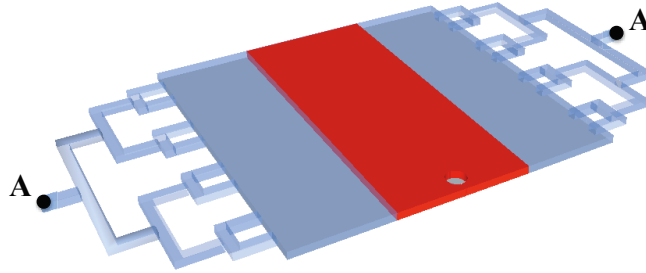


Figure 2: Chambre de $350\mu m$ de haut contenant l'échantillon mou rectangulaire (rouge). Un trou est percé dans la plaque du haut. Chaque côté de la chambre est rempli d'huile fluorée et est connecté via une arborescence de canaux à des pousse-seringues pouvant extraire l'huile de la chambre.

Il s'agit d'une version miniaturisée de la géométrie de traction utilisée par Martina & al [4] et réalisée par les moyens usuels de microfabrication. La chambre centrale carrée est de dimension $25 \times 25 mm$ et d'épaisseur $e = 350\mu m$. Au centre de la chambre, le sol d'agar est injecté à chaud via un trou

perçé dans la lame supérieure de la chambre (en position B). Un dispositif de sillons creusés dans la lame inférieure permet de contrôler la forme initiale de l'éprouvette de gel lors de son injection: après refroidissement, l'éprouvette réalisée est rectangulaire, de largeur $7mm$, de longueur $25mm$ et d'épaisseur e .

La sollicitation de traction de cette éprouvette peu rigide a fait l'objet d'une mise en oeuvre originale. De part et d'autre de l'éprouvette rectangulaire (en rouge), la chambre ainsi que l'arborescence de canaux qui y est reliée, sont remplis d'un liquide incompressible et immiscible avec le matériau constituant l'éprouvette (en bleu). Au moyen de deux pousse-seringues connectés au points A, le liquide jouxtant l'éprouvette peut être aspiré à débit contrôlé dans les seringues. Par conservation du volume, l'extraction de ce liquide de part et d'autre de l'éprouvette force les bords de l'éprouvette à se déplacer; ceci génère une sollicitation de traction sur notre échantillon.

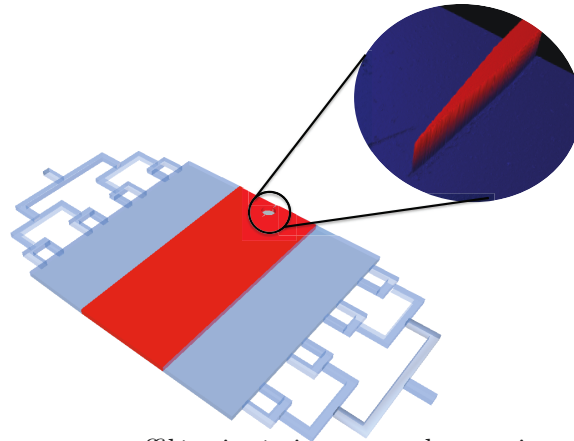


Figure 3: Une structure effilée située juste sous le trou pour le rôle d'entaille et aide à nucléer une fissure latérale dans l'échantillon.

Pour nucléer une fissure unique, une structure effilée est intégrée au dispositif lors de la fabrication et est placée sous le trou percé dans la lame de verre supérieure (fig3). Après l'injection à chaud du matériau sous forme liquide, l'éprouvette d'agar est moulée autour de cette structure et présente donc une préentaille qui va favoriser le départ d'une fissure de manière contrôlée lors de l'essai de traction.

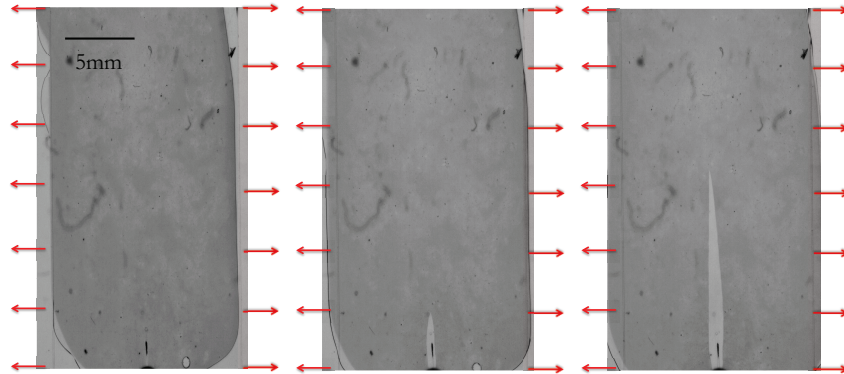


Figure 4: Nucléation et croissance typique d'une fissure observée à faible grossissement.

Lors de la propagation de la fissure, la pointe de fissure est observée sous un microscope à transmission. Le gel teinté avec de l'encre de chine et du noir de carbone apparaît sombre alors que l'intérieur de la fissure est rempli d'eau et apparaît clair. Cela nous permet de détecter de manière précise les bords de fissure et d'effectuer une analyse précise de leur morphologie. En parallèle, la texture apportée par le noir de carbone nous permet de faire appel aux techniques de corrélation d'image pour caractériser les champs de déformation proches fissures.

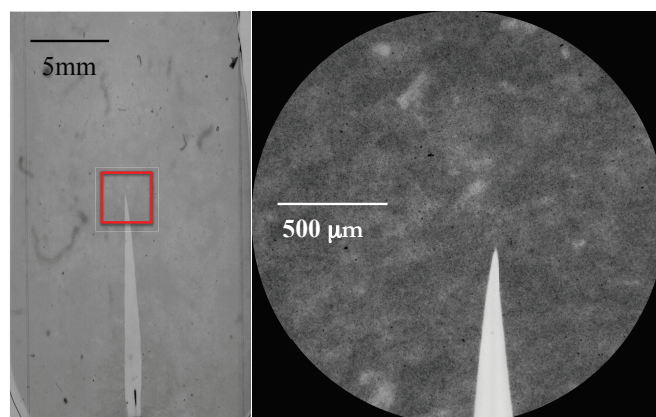


Figure 5: Gauche: Fissure à faible grossissement. Le carré rouge représente le champ de vision correspondant à l'objectif x4. Droite: champ de vision x4. La fissure apparaît claire et grandit dans l'échantillon teinté.

Crack tip Displacement Fields.

Dans la section précédente, nous avons démontré la possibilité de contrôler la nucléation et la propagation de fissures dans des spécimens mous. Cette possibilité permet d'observer la pointe d'une fissure à des grandissements jamais atteints et de mieux caractériser et distinguer les effets linéaires élastiques, non linéaires élastiques et l'endommagement en pointe de fissure. Une boîte à outils a donc été mise en place pour effectuer des mesures quantitatives. Celle ci se compose de deux pans: l'analyse morphologique par détection des bords de fissure et l'analyse des champs de déplacement autour de la fissure par corrélation d'image.

Ce chapitre débute par une revue des prédictions théoriques sur la morphologie de fissures dans trois cas auxquels la littérature sur la fracture de matériaux mous fait massivement référence: la théorie de fissure linéaire élastique, la trompette viscoélastique de de Gennes ainsi que les modèles de Dugdale Barenblatt.

On montre que la théorie linéaire élastique prédit une ouverture de fissure en mode I prenant la forme de l'expansion de Williams [5]:

$$u_\theta(r) = \frac{4K_I}{E} \left(\frac{r}{2\pi} \right)^{1/2} + A_{3/2} r^{3/2} + A_{5/2} r^{5/2} + \dots \quad (1)$$

$$u_r(r) = \frac{Tr}{E} + A_2 r^2 + A_3 r^3 + \dots \quad (2)$$

La principale information est contenue dans le premier terme de ce développement, appelé terme d'Irwin:

$$\begin{Bmatrix} u_x \\ u_y \end{Bmatrix} (\theta = \pm\pi) = \pm \frac{K_I}{2E} \left(\frac{r}{2\pi} \right)^{1/2} \begin{Bmatrix} 0 \\ 8 \end{Bmatrix} = \pm \frac{4K_I}{E} \left(\frac{r}{2\pi} \right)^{1/2} \mathbf{e}_y \quad (3)$$

Cette théorie linéaire élastique prédit donc une pointe de fissure parabolique dont le rayon de courbure est proportionnel à $(K_I/E)^2$.

Les modèles de zone cohésive du type Dugdale Barenblatt proposent une façon de régulariser la divergence des contraintes en pointe de fissure. Ils introduisent une zone en pointe de fissure dans laquelle des contraintes dites cohésives empêchent localement la fissure de s'ouvrir. La forme de fissure obtenue présente un "cusp": l'ouverture de fissure est alors en $u(X) = X^{3/2}$ où X est la distance à la pointe.

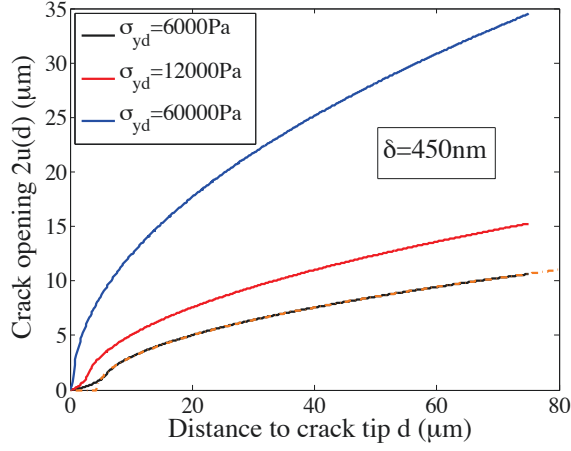


Figure 6: Profils de fissure asymptotiques de Dugdale à notre résolution expérimentale. L'ouverture maximale de la zone cohésive est fixée à $\delta = \Lambda = 450\text{nm}$ et la contrainte à la rupture σ_{yd} varie entre $\sigma_{yd} = E/10$ (noir) et $\sigma_{yd} = E$ (bleu).

Enfin, un autre modèle proposé par de Gennes prédit la forme de fissures se propageant dans un solide viscoélastique à un temps de relaxation. Il prédit qu'il existe une région de l'espace à distance intermédiaire de la pointe dans laquelle le matériau est sollicité à des fréquences auxquelles il répond principalement de manière visqueuse. Dans cette zone, $u \propto x^{3/2}$. A plus longue distance, le matériau répond de manière linéaire élastique et on retrouve un régime où $u \propto x^{1/2}$.

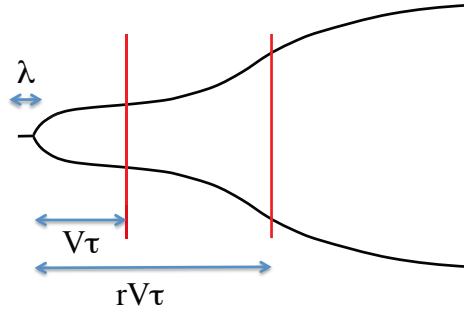


Figure 7: Trompette viscoélastique pour une fissure se propageant à vitesse V dans un solide viscoélastique standard avec un seul temps de relaxation τ .

Ces différents cas théoriques sont des modèles de référence auxquels nous comparons nos résultats. L'analyse morphologique de la fissure passe par un traitement numérique des images acquises grâce au microscope. Ce traitement en plusieurs étapes permet de détecter les lèvres de fissure, d'identifier la pointe de fissure, d'en déduire sa vitesse et enfin de tracer son profil

d'ouverture.

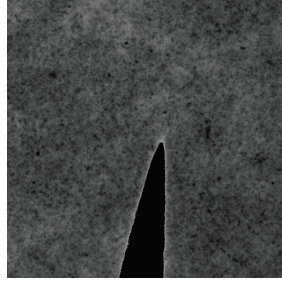


Figure 8: Left: Original image multiplied by the negative of the binarization result. The image is 500pixel x 500pixel. The bright shell around the binarized zone is about 2 pixel size.

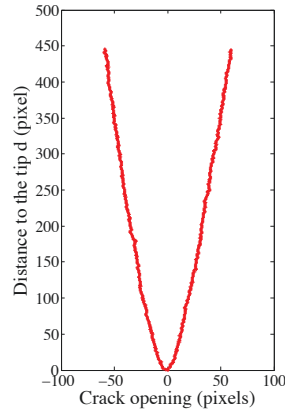


Figure 9: Traçé de la forme de fissure dans le repère naturel dans la fissure.

Dans la suite, nous considérons des fissures se propageant à basse vitesse dans des gels d'agar à 1.5% en masse. Dans ce cas, on constate que le développement de Williams est approprié pour décrire le profil d'ouverture de la fissure. On montre d'une part que la théorie linéaire élastique permet de décrire le comportement de ces fissures et d'autre part qu'il existe une région de l'espace où le terme d'Irwin est dominant. La morphologie de cette fissure nous permet d'extraire la valeur du facteur d'intensification des contraintes K_I décrivant le chargement de la fissure considérée. Ici l'approximation Small Scale Yielding est valide: la zone où le matériau ne se comporte plus de manière linéaire demeure très petite devant la taille du spécimen.

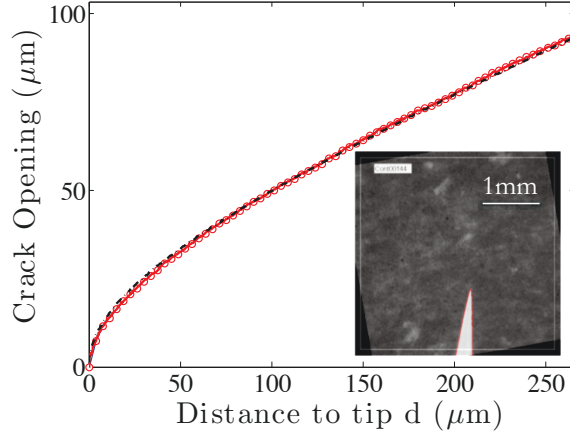


Figure 10: **Fissure lente** ($V=3\mu\text{m.s}^{-1}$). Ouverture de fissure en fonction de la distance d à la pointe. Ligne et cercle rouge: résultats expérimentaux. Ligne noire pointillée: fit avec l'expansion LEFM??. *Encart*: Image d'une fissure lente (en blanc) dans un gel d'agar teinté de 1.5%wt. L'intérieur de la fissure est rempli d'eau. Les bords de fissure sont soulignés en rouge.

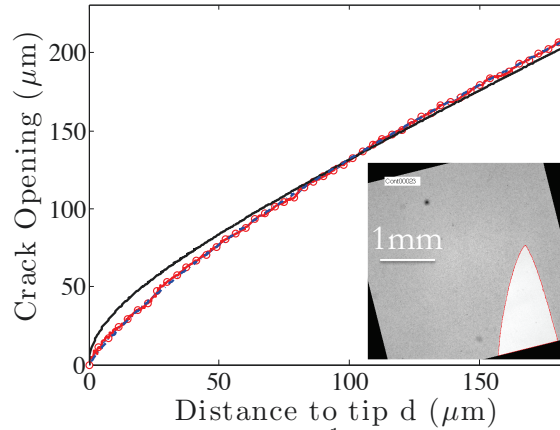


Figure 11: **Fissure rapide** ($V=1\text{cm.s}^{-1}$). Ouverture de fissure en fonction de la distance d à la pointe. Ligne et cercles rouges: résultats expérimentaux. Ligne noire: fit avec l'expansion LEFM ??, qui ne fonctionne pas en pointe de fissure; Ligne bleue pointillé: fit des données avec l'expansion de Williams modifiée 4. *Encart*: Image d'une fissure rapide (en blanc) dans un gel d'agar teinté de 1.5%wt. L'intérieur de la fissure est rempli d'eau. Les bords de fissure sont soulignés en rouge.

A plus grande vitesse, lorsque les taux de déformations augmentent, on montre que la forme de fissure ne peut plus être décrite par le développement de Williams. La pointe de fissure ne peut notamment plus être décrite par une parabole; elle acquiert une forme en coin avec une pente finie à la pointe.

Cette forme ne peut non plus être décrite par un modèle de Dugdale ou un modèle viscoélastique. Nous écrivons donc un développement de Williams modifié et introduisons une longueur caractéristique d^*

$$\tilde{u}(d) = d \left[\frac{A}{1 + \left(\frac{d}{d^*}\right)^{1/2}} + \left(\frac{d}{\tilde{d}_1}\right)^{1/2} + \left(\frac{d}{\tilde{d}_2}\right)^{3/2} \right] \quad (4)$$

où d^* est une longueur de crossover délimitant une pointe en coin à échelle plus petite que d^* et le régime où l'élasticité linéaire est valide pour $d > d^*$. Malgré cette description phénoménologique de la fissure, nous sommes là encore capables de montrer qu'il existe une zone de K_I -dominance et donc qu'il est possible d'extraire K_I de la forme de fissure.

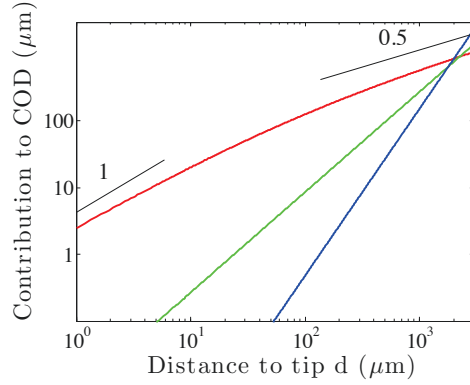


Figure 12: Représentation log-log des contributions respectives des 3 termes de l'expression de Williams modifiée décrivant l'ouverture de fissure. Rouge: Terme d'Irwin modifié. Vert: terme $d^{3/2}$. Blue: terme $d^{5/2}$.

Dans la section suivante, nous expliquons le principe de la corrélation d'image appliqué à la mesure des champs de déformation en pointe de fissure. Le principe de la corrélation d'image est simple. On enregistre deux images consécutives d'un spécimen avant et après déformation. Une texture naturelle ou artificielle, matériellement liée au spécimen, subit la même déformation que le spécimen. On cherche à trouver le champ de déplacement continu correspondant au passage de l'image de référence non déformée à l'image déformée. Cette recherche passe par la minimisation d'une quantité globale, calculée sur l'ensemble de l'image; elle se distingue ainsi des approches locales comme la PIV pour lesquelles l'image totale est subdivisée en sous images dont on cherche à déterminer le déplacement moyen.

Dans les expériences réalisées, on enregistre une fissure se propageant de manière stationnaire. Le couple d'image typiquement analysé dans nos expériences contient deux images: la première sur laquelle la fissure est chargée; la deuxième sur laquelle la fissure s'est propagée sur une distance δ . Le champ

mesuré correspond alors à ce qu'on appelle le champ incrémental (en opposition avec le champ absolu qui a pour référence le spécimen non déformé).

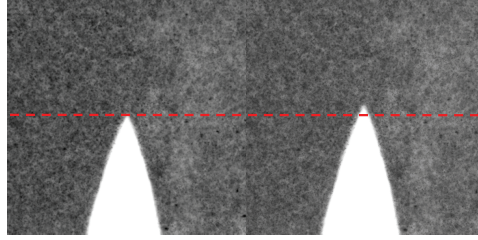


Figure 13: Couple d'images expérimentales correspondant au champ de déplacement incrémental: entre l'image de référence et la configuration déformée, la fissure stationnaire se propage sur une distance δ .

Dans un second temps, nous projetons le champ mesuré et le décomposons sur une base de champs connus. Ces champs connus peuvent être des champs linéaires élastiques, des champs non linéaires ou bien des champs calculés par éléments finis. Dans un premier temps, la librairie de champs de déplacement utilisée contient uniquement les 2 premiers ordres élastiques linéaires de mode I et mode II ainsi que le terme de T stress. La projection nous indiquera donc 1) si l'élasticité linéaire s'applique 2) une donnée quantitative de K_I , K_{II} et T . Pour un gel à 1.5wt% et des fissures de basse vitesse, l'élasticité linéaire de mode I et II suffit à reproduire le champ de déplacement mesuré. On trouve que le mode I domine devant le mode II et que la contrainte de T stress est négligeable devant le module d'Young.

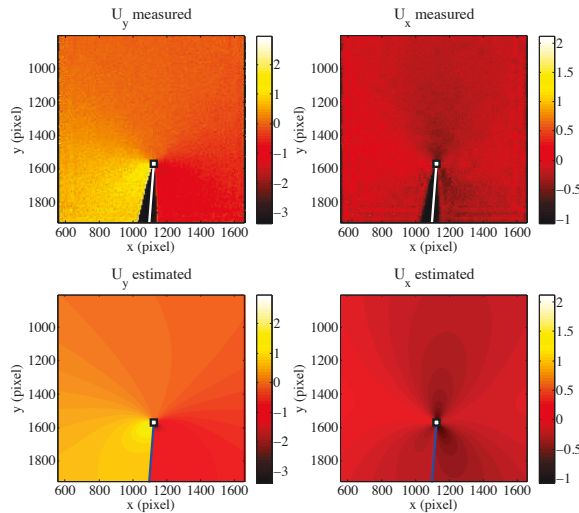


Figure 14: Comparaison des champs de déplacement U_x and U_y mesurés et estimés pour une fissure lente.

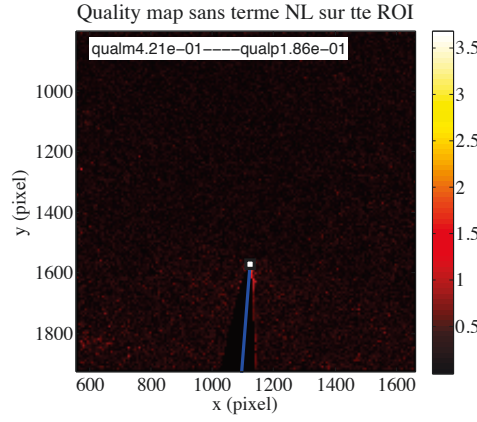


Figure 15: Carte d'erreur: différence entre le champ mesuré et le champ de déplacement estimé en pixels.

A haute vitesse, nous avons confirmation que l'élasticité linéaire ne suffit pas à comprendre le champ mesuré. Ce dernier ne peut être reproduit fidèlement avec les champs élastiques linéaires qu'à grande distance de la fissure (grande devant d^*). Le champ proche pointe de fissure dévie fortement de la prédiction linéaire. On trouve encore que $K_I \gg K_{II}$. Surtout l'extraction de la valeur de K_I par l'analyse de la morphologie de fissure et la valeur de K_I obtenue par projection sur une base linéaire élastique donne des résultats identiques.

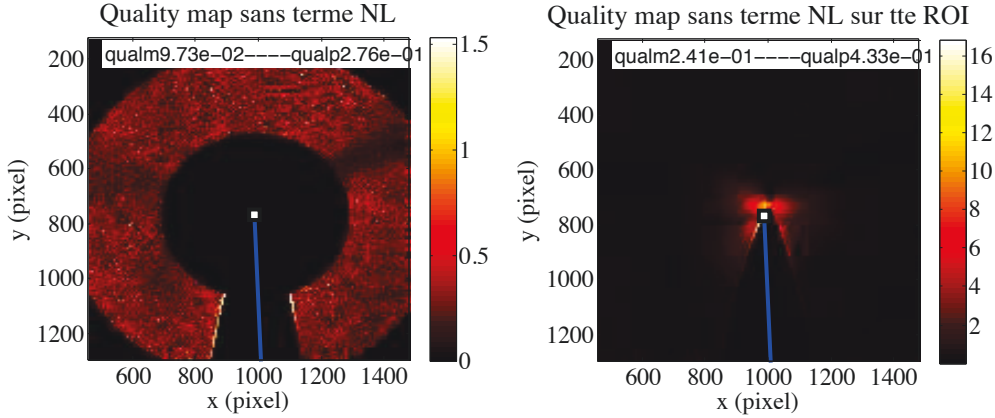


Figure 16: Quality map: norm of the difference between the measured and displacement fields (in pixels). Here, the projection was done using the unmasked region of the ROI. The hidden zone close to the crack tip has a 300 pixel radius. Left: Quality map in the shell-like zone between $\ell_{maskmin}$ and $\ell_{maskmax}$. Right: Quality map on the whole ROI.

Dans ce chapitre, deux techniques basées sur la mesure de champs de dé-

placement ont été mises au point dans le contexte de la fissuration de matériaux très déformables. La première technique consiste à mesurer l'ouverture de fissure et de la comparer avec celle prédite par différentes théories. Cette approche est simple mais partielle: deux théories fondées sur deux lois constitutives ou deux lois d'endommagement distinctes peuvent prédire des formes similaires de fissure. La seconde technique consiste à mesurer le champ de déplacement près de la pointe en utilisant la corrélation d'image et à décomposer le champ mesuré suivant une base de champs connus (linéaires élastiques par exemple). Il s'agit d'une technique plus lourde en terme de calcul mais qui permet de valider certaines hypothèses utilisées pour interpréter la morphologie de fissure. Vérification a été faite que ces deux techniques complémentaires sont équivalentes. A basse vitesse comme à haute vitesse, les valeurs de K_I mesurées sont identiques. Comme la corrélation d'image et le post-processing reposent sur une minimisation, on peut accéder à des cartes d'erreur de chacune de ces minimisations. L'erreur de corrélation manifeste d'une non-conservation des niveaux de gris ou bien d'une hétérogénéité du champ de déplacement à l'échelle d'une taille de ZOI. L'erreur de post processing résulte d'une incompatibilité entre le champ mesuré et la base de champ de déplacement utilisée.

Dans la suite, on utilisera les deux techniques pour étudier la fissure des gels physiques présentés ci-avant.

Rate-dependency and large deformations disentangled.

Dans notre expérience, nous étudions la fissuration stationnaire de mode I en contrainte plane. Cette configuration mécanique simple nous permet de confronter nos mesures à des simulations numériques ou à des prédictions théoriques effectuées dans ce cadre. Tout d'abord, nous montrons l'augmentation de l'énergie de fissuration avec la vitesse puis, nous verrons comment cette énergie est transmise puis dissipée à la pointe de fissure.

Le critère de Griffith repose sur un bilan d'énergie: une fissure est à l'équilibre si $\mathcal{G} = \frac{dU_S}{dC}$, autrement dit, l'énergie élastique libérée par l'avancée de fissure est parfaitement compensée par celle nécessaire à la création de surface. La mesure du facteur d'amplification des contraintes K donne une estimation $\mathcal{G} = K_I^2/E$ de l'énergie nécessaire à la croissance infinitésimale de la fissure dC . L'intérêt de notre méthode réside de la possibilité de mesurer K par l'analyse des champs de déplacement dans la zone (et elle existe) où K domine.

On rappelle le développement de Williams:

$$\tilde{u}(d) = d \left[\frac{A}{1 + \left(\frac{d}{d^*}\right)^{1/2}} + \left(\frac{d}{\tilde{d}_1}\right)^{1/2} + \left(\frac{d}{\tilde{d}_2}\right)^{3/2} \right] \quad (5)$$

A distance inférieure à d^* de la pointe, l'élasticité linéaire n'est plus valide. Pour $d > d^*$, LEFM est retrouvée. Chaque fissure se propageant à vitesse V est caractérisée par $(A(V), d^*(V))$ (Fig. 17).

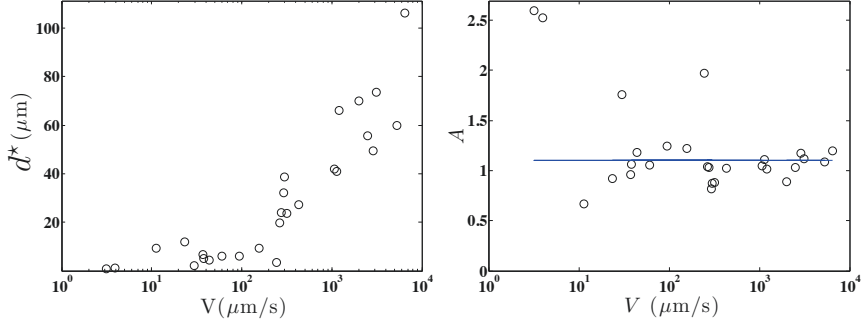


Figure 17: **Paramètres du développement de Williams modifié en fonction de la vitesse de fissure V .** *Gauche.* Evolution de d^* avec V . *Droite.* Evolution de A avec V . La ligne bleue est un guide pour les yeux montrant que A varie peu avec V

Alors qu' A apparaît constant d'ordre unité sur la gamme de vitesses étudiées, d^* apparaît comme une grandeur dynamique grandissant avec V . Dans la zone de K – dominance, la contribution principale à l'ouverture de fissure est $\sim A(d^*d)^{1/2}$. On calcule donc $K_I(V)$ et $\mathcal{G} = K_I^2/E$ en utilisant:

$$K_I(V) = A(V)d^*(V)^{1/2}E\sqrt{\frac{\pi}{8}} \quad (6)$$

L'évolution de \mathcal{G} avec V est montrée Fig. 18.

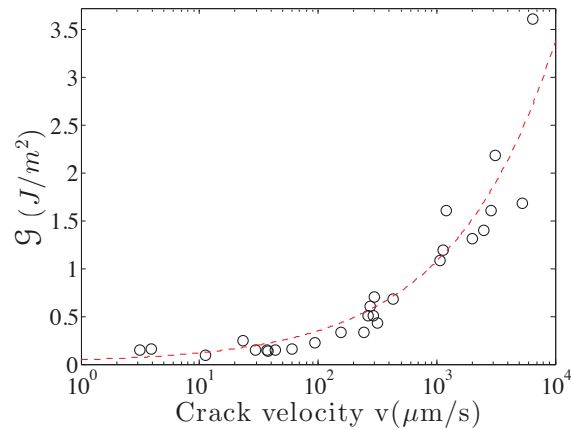


Figure 18: **Evolution de \mathcal{G} avec V .** Les cercles noirs sont les résultats expérimentaux calculés au moyen de Eq. 6.

A basse vitesse, \mathcal{G} semble atteindre une limite basse finie \mathcal{G}_c en dessous de $0.1J/m^2$. A haute vitesse, $\mathcal{G} \gg \mathcal{G}_c$. Il semble légitime d'écrire:

$$\mathcal{G} = \mathcal{G}_c + \mathcal{G}_{diss}(V) \quad (7)$$

où \mathcal{G}_c est un taux de restitution d'énergie critique requis pour faire croître la fissure de manière quasistatique et $\mathcal{G}_{diss}(V)$ est une énergie supplémentaire dissipée pour la croissance d'une fissure à la vitesse V . De manière surprenante, dans le cas du gel d'agar qui se comporte comme un solide élastique, il n'existe pas de raison évidente de dépendance en vitesse des propriétés de fissuration car pas de dissipation visqueuse identifiée lors de l'étape de caractérisation. Il doit donc se produire d'autres phénomènes dissipatifs lors de l'extension de la fissure. L'existence d'autre sources de dissipation que la viscoélasticité ont par exemple été considérées par Baumberger & Ronsin [9, 8] dans le cas de la gélatine et des gels alginates. Dans le manuscrit sont repris les détails de ces modèles à zone cohésive dépendante de la vitesse. Ces modèles ne s'appliquent pas pour l'agar car ces derniers présentent des zones de jonction étendues dont la dissociation ne peut être décrite par une simple activation arrhenienne par les contraintes. En suivant la démarche de Bouchbinder [10], on modélise nos résultats expérimentaux par une loi semi phénoménologique.

$$\mathcal{G} \sim \mathcal{G}_c \left(1 + \sqrt{\frac{\eta V}{Ed^*(V=0)}}\right) = \mathcal{G}_c \left(1 + \sqrt{\frac{V}{\tilde{V}}}\right) \quad (8)$$

où

$$\tilde{V} = \frac{Ed^*(V=0)}{\eta} \quad (9)$$

L'accord entre l'énergie de fissuration mesurée $\mathcal{G}(V)$ et Eq. 8 est bon dans la gamme de vitesse explorée (Fig. 18). La valeur de \mathcal{G}_c obtenue à basse vitesse est cohérente avec l'énergie de rupture des liaisons physiques traversant le plan de fissure. Il n'y a donc pas d'autre mécanismes d'endommagement à basse vitesse. η_{eff} par contre est bien plus grande que la dissipation lié aux frottement polymère/solvant. Nous considérons que les valeurs de dissipation mesurées 1 à 2 ordres de grandeurs supérieures correspondent à de la dissipation visqueuse provenant des phénomènes de reptation des chaînes extirpées d'une jonction sous l'effet des fortes contraintes de pointe de fissure. Les niveaux de contrainte en zone proche pointe et la configuration microscopique des chaînes peuvent être étudiés par l'analyse des phénomènes non linéaires se produisant aux échelles inférieures à d^* .

Large deformations at the crack tip. Comme évoqué précédemment, la forme de fissure en coin ne peut être expliquée par des modèles de zone

cohésive ou des modèles viscoélastiques. Une hypothèse envisagée est que les grandes déformations en pointe de fissure induisent des écarts importants à l'élasticité linéaire. Une simple approche en scaling indique que $d^* \propto \mathcal{G}/E$ donne un ordre de grandeur des distances en dessous desquelles les effets non linéaires apparaissent [11].

Il est impossible de calculer les déformations à partir de la forme de fissure. Une méthode plus directe consiste à utiliser la corrélation d'images pour mesurer le champ de déplacement puis la déformation en pointe de fissure avec la distance à la pointe. On mesure ici des déformation supérieures à 25%, valeur bien supérieure au seuil de nonlinéarité qui, dans le cas de l'agar, vaut environ 5%. A $d = d^*$, la déformation est de 8%.

On montre ici que les théories faiblement non linéaires sont d'intérêt limité pour les matériaux durcissants. On fdoit considérer la théorie fortement non linéaire [12, 13]. Sans entrer ici dans les détails, on récapitule les principales caractéristiques du champ de déplacement asymptotique et la morphologie de fissure. Dans le cas $J_m = 0.05$ correspondant à nos gels très durcissants, le profil de fissure est très proche de la forme en coin obtenue expérimentalement.

Conclusion: disentangling dissipation and large deformations. Au final, nous avons réalisé que d^* était une grandeur dynamique en deça de laquelle les non linéarités réversibles élastiques dominaient. Nous avons aussi compris que la dépendance en vitesse des propriétés de rupture n'était pas due à de la dissipation visqueuse en volume mais à des mécanismes dépendant en vitesse dans la zone cohésive de ce matériau polymère. En analysant cette dépendance de l'énergie de rupture sous l'angle d'une analyse semi phénoménologique, nous avons compris deux choses:

(1) Que la fissure se produit par désaggrégation des jonctions physiques par endommagement viscoplastique dans la zone cohésive.

(2) Contrairement à un premier type de gels dont les jonctions présentent peu de contraintes topologiques, les gels d'agar présentent des zones de jonction étendues dans lesquelles le confinement des chaînes est important. Débobiner les chaînes requiert la reptation des chaînes et un haut degré de coopérativité.

Nous pensons que les gels de copolymères triblocks autoassemblés [7, 14] appartiennent à la même catégorie. Etonamment, les propriétés nonlinéaires et la dépendance en vitesse des propriétés de rupture sont très similaires. La rupture de ces gels se produit donc également de manière identique: la contrainte d'endommagement augmente rapidement en raison du durcissement et, comme les chaînes confinées dans les aggrégats sont extirpées, la viscosité effective est élevée...similaire à celle mesurée dans des fondus de polymères enchevêtrés. On propose de construire un modèle de zone cohésive dépendant de la vitesse qui prenne en compte ses observations. Une des choses

restant à vérifier est que l'endommagement ne se produit que dans la zone cohésive. Un calcul d'intégrale J pour différentes tailles de contour (pour des fissures stationnaires) en utilisant une loi durcissante permettrait de vérifier cette hypothèse.

Bibliography

- [1] E. Bouchbinder, T. Goldman, and J. Fineberg. The Dynamics of Rapid Fracture: Instabilities, Nonlinearities and Length Scales. *Reports on progress in physics. Physical Society (Great Britain)*, 77, May 2014.
- [2] A. Livne, E. Bouchbinder, I. Svetlizky, and J. Fineberg. The near-tip fields of fast cracks. *Science (New York, N.Y.)*, 327(5971):1359–63, March 2010.
- [3] MJ. Buehler, FF. Abraham, and H. Gao. Hyperelasticity governs dynamic fracture at a critical length scale. *Nature*, 426(6963):141–6, November 2003.
- [4] T Baumberger, C Caroli, and D Martina. Fracture of a biopolymer gel as a viscoplastic disentanglement process. *Eur. Phys. J. E*, 21(1):81–9, September 2006.
- [5] M. L. Williams. On the Stress Distribution at the Base of a Stationary Crack. *Journal of Applied Mechanics*, (3), 1956.
- [6] A. A. Griffith. The Phenomena of Rupture and Flow in Solids. *Philosophical transactions. Series A, Mathematical, physical, and engineering sciences*, 163(6), 1921.
- [7] M. E. Seitz, D. Martina, T. Baumberger, V. R. Krishnan, C.-Y. Hui, and K. R. Shull. Fracture and large strain behavior of self-assembled triblock copolymer gels. *Soft Matter*, 5(2):447, 2009.
- [8] T Baumberger and O Ronsin. From thermally activated to viscosity controlled fracture of biopolymer hydrogels. *The Journal of chemical physics*, 130(6):061102, March 2009.
- [9] T. Baumberger, C. Caroli, and D. Martina. Solvent control of crack dynamics in a reversible hydrogel. *Nature materials*, 5(7):552–5, July 2006.
- [10] E. Bouchbinder and E. Brener. Viscoelastic fracture of biological composites. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 59(11):2279–2293, November 2011.

- [11] Costantino Creton, Jacob Hooker, and Kenneth R. Shull. Bulk and interfacial contributions to the debonding mechanisms of soft adhesives extension to large strains. *Langmuir*, 17(16):4948–4954, 2001.
- [12] V. R Krishnan, C.-Y. Hui, and R. Long. Finite Strain Crack Tip Fields in Soft Incompressible Elastic Solids. *Langmuir*, 24(11):14245–14253, 2008.
- [13] R. Long, V. R Krishnan, and C.-Y. Hui. Finite strain analysis of crack tip fields in incompressible hyperelastic solids loaded in plane stress. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 59:672–695, 2011.
- [14] K. Erk. Strain-Stiffening in Synthetic and Biopolymer Networks Strain-Stiffening in Synthetic and Biopolymer Networks. *School of Materials Engineering*, 2010.